

**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

REC'D 09 AUG 2000

WIPO PCT

EP 00/5251
ETV**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 199 27 788.5

Anmeldetag: 18. Juni 1999

Anmelder/Inhaber: Forschungszentrum Jülich GmbH, Jülich/DE

Bezeichnung: Probenzelle für einen Polarisator von Edelgasen

IPC: G 01 J, G 01 N, H 01 S

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 23. Juni 2000
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Holl

G 60 644

Forschungszentrum Jülich GmbH

Patentansprüche:

5

1. Probenzelle mit

- einem Glaskörper (1), der einen Einlaß (4) und einen Auslaß (5) für Gas sowie wenigstens eine Öffnung aufweist,

10

- in die Öffnung ist ein planes Fenster (2) aus Glas hineingeschoben,

- die Form und Größe des Fensters (2) entspricht der Form und Größe der Öffnung,

15

- die Öffnung wird durch einen Rand begrenzt,

- der Rand ist breiter als das Fenster dick ist,

- der Rand des Fensters ist mit dem Rand der Öffnung verschmolzen.

2. Probenzelle nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Glaskörper die Form eines Zylinders (1) aufweist, wobei das plane Fenster (2) durch eine Scheibe gebildet ist, die an einem Ende des Zylinders in den Glaskörper hineingeschoben ist.

20

3. Probenzelle nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Probenzelle zwei plane Fenster (2, 3) aufweist, die zueinander parallel angeordnet sind.

30

4. Probenzelle nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch zwei vorstehende Radien (8) von wenigstens einem Millimeter zu beiden Seiten des oder der Fenster, die unmittelbar benachbart zum Umfang des Fensters angeordnet sind und die eine druckfeste Verbindung zum Rand der Öffnung bilden.

35

5. Probenzelle nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

gekennzeichnet durch Borosilikatglas, aus dem der Glaskörper (1) und Borofloatglas, aus dem die Fenster (2, 3) bestehen.

5 6. Probenzelle nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Glas (1, 2, 3) wenigstens 5 mm dick ist.

10 7. Probenzelle nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Außendurchmesser des Glaskörpers (1) zwischen 20 und 100 Millimetern, insbesondere zwischen 35 und 40 Millimetern liegt.

15 8. Probenzelle nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Probenzelle Teil eines Polarisators für die Polarisation eines Edelgases ist.

20 9. Probenzelle nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß am Eingang bzw. am Ausgang für das Gas aus Glas gefertigte Ventile (6, 7) vorgesehen sind, die Dichtringe aus Ethylenpropylen umfassen.

30 10. Verfahren zur Herstellung einer Probenzelle nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ein Glaskörper mit einer Öffnung, einem Einlaß und einem Auslaß bereitgestellt wird, in die Öffnung ein planes Fenster hineingeschoben wird, wobei der Umfang des Fensters dem Umfang der Öffnung entspricht und wobei der Rand der Öffnung dicker ist als die Dicke des Fensters, und der Rand von außen wenigstens zweifach so erhitzt wird, daß das Glas in der Nähe des Rands schmilzt, so daß eine Schmelzverbindung zwischen dem Fenster und dem Rand entsteht.

35

11. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, bei dem der oder die Ränder eines jeden Fensters vor dem

Hineinschieben sowie vor dem Verschmelzen mit dem Rand der Öffnung des Glaskörpers geschliffen, insbesondere der Rand rund geschliffen wird und anschließend mit einer Säure, insbesondere mit Flußsäure gereinigt wird.

5

12. Verwendung einer Probenzelle nach einem der Vorrichtungsansprüche bei Drucken von wenigstens 10 bar.

G 60 644

Forschungszentrum Jülich GmbH

Probenzelle für einen Polarisator von Edelgasen

5

Die Erfindung betrifft eine Probenzelle für einen Polarisator von Edelgasen. Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung der Probenzelle.

10 Es ist eine Probenzelle für einen Polarisator von Edelgasen bekannt, die aus Glas besteht, einen Einlaß und einen Auslaß für Gas aufweist und durch die das Licht eines Lasers hindurch geleitet wird.

15 Neuere Entwicklungen in der Magnet Resonanz Tomographie (MRT) sowie in der Magnet Resonanz Spektroskopie (NMR) mit polarisierten Edelgasen lassen Anwendungen in der Medizin, in der Physik und in den Materialwissenschaften erwarten. Große Polarisationen von Kernspins können durch optisches
20 Pumpen mit Hilfe von Alkaliatomen erzielt werden, wie der Druckschrift Happer et al., Phys. Rev. A, 29, 3092 (1984) zu entnehmen ist. Typischerweise wird zur Zeit Rubidium in Anwesenheit eines Edelgases und Stickstoff eingesetzt. Auf diese Weise ist es möglich, eine Kernspinpolarisation des Edelgases Xenon (^{129}Xe) von ca. 20 Prozent zu erreichen. Eine solche Kernspinpolarisation ist ca. 100 000 mal größer als die Gleichgewichtspolarisation in klinischen Magnet
30 Resonanz Tomographen. Die damit verbundene drastische Steigerung des Signal - Rausch - Verhältnisses erklärt, weshalb in Zukunft neue Anwendungsmöglichkeiten in der Medizin, Wissenschaft und Technik erwartet werden.

Unter Polarisierung wird der Grad der Ausrichtung (Ordnung) der Spins von Atomkernen oder Elektronen verstanden. 100
35 Prozent Polarisierung bedeutet zum Beispiel, daß sämtliche Kerne oder Elektronen in gleicher Weise orientiert sind. Mit der Polarisierung von Kernen oder Elektronen ist ein

magnetisches Moment verbunden.

Polarisiertes Xenon wird zum Beispiel von einem Menschen inhaliert oder in ihn injiziert. 10 bis 15 Sekunden später sammelt sich das polarisierte Xenon im Gehirn an. Mit Hilfe der Magnetischen Resonanz Tomographie wird die Verteilung des Edelgases im Gehirn festgestellt. Das Ergebnis wird für weitere Analysen genutzt.

Die Wahl des Edelgases hängt vom Anwendungsfall ab. $^{129}\text{Xenon}$ weist eine große chemische Verschiebung auf. Wird Xenon z. B. auf einer Oberfläche adsorbiert, so verändert sich signifikant seine Resonanzfrequenz. Außerdem löst sich Xenon in fettliebenden (d. h.: lipophilen) Flüssigkeiten. Wenn derartige Eigenschaften erwünscht sind, wird Xenon eingesetzt.

Das Edelgas Helium löst sich kaum in Flüssigkeiten. Das Isotop $^3\text{Helium}$ wird daher regelmäßig dann verwendet, wenn Hohlräume betroffen sind. Die Lunge eines Menschen stellt ein Beispiel für einen solchen Hohlraum dar.

Einige Edelgase weisen andere wertvolle Eigenschaften als die vorgenannten auf. So besitzen z. B. die Isotope $^{83}\text{Krypton}$, $^{21}\text{Neon}$ und $^{131}\text{Xenon}$ ein Quadrupolmoment, welches z. B. für Experimente in der Grundlagenforschung bzw. in der Oberflächenphysik interessant sind. Diese Edelgase sind allerdings sehr teuer, so daß diese für Anwendungen, bei denen größere Mengen verwendet werden, ungeeignet sind.

Aus der Druckschrift "B. Driehuys et al., Appl. Phys. Lett. 69, 1668 (1996) ist bekannt, Edelgase auf folgende Weise zu polarisieren.

Mit Hilfe eines Lasers wird zirkular polarisiertes Licht bereitgestellt, also Licht, bei dem der Drehimpuls bzw. der Spin der Photonen alle in die gleiche Richtung zeigen. Der

Drehimpuls der Photonen wird auf freie Elektronen von Alkaliatomen übertragen. Die Spins der Elektronen der Alkaliatome weisen somit eine große Abweichung vom thermischen Gleichgewicht auf. Die Alkaliatome sind somit polarisiert. Durch einen Stoß von einem Alkaliatom mit einem Atom eines Edelgases wird die Polarisierung des Elektronenspins vom Alkaliatom auf das Atom des Edelgases übertragen. Es entsteht so polarisiertes Edelgas.

- 10 Alkaliatome werden eingesetzt, da diese über ein großes optisches Dipolmoment verfügen, welches mit dem Licht wechselwirkt. Ferner weisen Alkaliatome jeweils ein freies Elektron auf, so daß keine nachteilhaften Wechselwirkungen zwischen zwei und mehr Elektronen pro Atom auftreten können.

- 20 Cäsium wäre ein besonders gut geeignetes Alkaliatom, welches gegenüber Rubidium zur Erzielung vorgenannter Wirkungen überlegen ist. Es stehen jedoch zur Zeit keine Laser mit genügend hoher Leistung zur Verfügung, wie sie für die Polarisierung von Xenon mittels Cäsium benötigt würden. Es ist jedoch zu erwarten, daß in Zukunft Laser mit Leistungen um 100 Watt auf der Cäsiumwellenlänge entwickelt werden. Dann wird voraussichtlich bevorzugt Cäsium für die Polarisierung von Edelgasen eingesetzt.

- 30 Der Stand der Technik ist, ein Gasgemisch unter einem Druck von typischerweise 7 bis 10 bar durch eine zylindrische Glaszelle langsam durchzuleiten. Das Gasgemisch besteht zu 98 Prozent aus $^4\text{Helium}$, einem Prozent Stickstoff bzw. einem Prozent Xenon. Die typischen Geschwindigkeiten des Gasgemisches betragen einige ccm pro Sekunde.

- 35 Das Gasgemisch durchströmt zunächst ein Gefäß (nachfolgend "Vorratsgefäß" genannt), in dem sich ca. ein Gramm Rubidium befindet. Das Vorratsgefäß mit dem darin befindlichen Rubidium wird zusammen mit der sich anschließenden

Glaszelle auf ca. 100 bis 150 Grad Celsius erwärmt. Durch Bereitstellung dieser Temperaturen wird das Rubidium verdampft. Die Konzentration der verdampften Rubidium-Atome in der Gasphase wird durch die Temperatur im Vorratsgefäß bestimmt. Der Gasstrom transportiert die verdampften Rubidium - Atome von dem Vorratsgefäß in die zylindrische Probenzelle. Ein leistungsstarker, zirkular polarisierter Laser (100 Watt Leistung im kontinuierlichen Betrieb) durchstrahlt die Probenzelle (auch nachfolgend " Glaszelle " genannt) axial und pumpt optisch die Rubidium - Atome in einen hochpolarisierten Zustand. Die Wellenlänge des Lasers muß dabei auf die optische Absorptionslinie der Rubidium - Atome (D 1 - Linie) abgestimmt sein. Mit anderen Worten: Um die Polarisation vom Licht auf ein Alkaliatom optimal zu übertragen, muß die Frequenz des Lichts mit der Resonanzfrequenz des optischen Übergangs übereinstimmen. Die Probenzelle befindet sich in einem statischen magnetischen Feld von einigen 10 Gauss, das von einer Spule (Helmholtzspulenpaar) erzeugt wird. Die Richtung des magnetischen Feldes verläuft parallel zur Zylinderachse der Probenzelle bzw. parallel zur Strahlrichtung des Lasers. Das Magnetfeld dient der Führung der polarisierten Alkaliatome. Die durch das Licht des Lasers optisch hochpolarisierten Rubidium - Atome kollidieren in der Glaszelle u. a. mit den Xenon - Atomen und geben ihre hohe Polarisation an die Xenon - Atome ab. Am Ausgang der Probenzelle scheidet sich das Rubidium aufgrund des hohen Schmelzpunkts im Vergleich zu den Schmelzpunkten der übrigen Gasen an der Wand ab. Das polarisierte Xenon bzw. das Gasgemisch wird von der Probenzelle in eine Ausfriereinheit weitergeleitet. Diese besteht aus einem Glaskolben, dessen Ende in flüssigem Stickstoff getaucht ist. Der Glaskolben befindet sich ferner in einem Magnetfeld mit einer Stärke von 1000 bis 2000 Gauss. Das hochpolarisierte Xenon-Gas scheidet sich an der inneren Glaswand der Ausfriereinheit als Eis ab, soweit die Glaswand in die aus Stickstoff bestehende Flüssigkeit

getaucht ist. Am Auslaß der Ausfriereinheit wird das restliche Gas (Helium und Stickstoff) über ein Nadelventil geleitet und schließlich abgelassen.

5 Die Flußgeschwindigkeit in der gesamten Anordnung kann über das Nadelventil gesteuert und mit einem Meßgerät gemessen werden. Steigt die Flußgeschwindigkeit zu sehr an, so verbleibt keine Zeit zur Übertragung der Polarisierung von den Rubidium - Atomen auf die Xenon - Atome. Es wird also
10 keine Polarisierung erzielt. Ist die Flußgeschwindigkeit zu niedrig, so verstreicht zuviel Zeit, bis die gewünschte Menge an hochpolarisiertem Xenon eingefroren ist. Durch Relaxation nimmt die Polarisierung der Xenon - Atome nämlich wieder ab. Die Relaxation der Xenon-Atome wird durch das
15 Einfrieren sowie durch das starke Magnetfeld, welchem die Ausfriereinheit ausgesetzt ist, stark verlangsamt. Es ist daher erforderlich, nach der Polarisierung das Edelgas möglichst schnell und verlustfrei einzufrieren. Zwar kann die Relaxation durch das Einfrieren nicht vermieden werden.
20 Es verbleiben bei $T=77\text{ K}$ jedoch noch 1 bis 2 Stunden Zeit, ehe die Polarisierung so stark abgenommen hat, daß eine weitere Verwendung des anfangs hochpolarisierten Gases nicht mehr möglich ist.

5 Um ein einzelnes, freies Alkaliatom zu polarisieren, ist eine bestimmte Energie erforderlich. Diese erforderliche Energie entspricht der Resonanzfrequenz zur Anhebung des freien Elektrons des Alkaliatoms von dem Grundzustand in einen angeregten Zustand. Um die Energie von einem Laser
30 auf das Alkaliatom optimal zu übertragen, muß die Frequenz des Lichts des Lasers auf die Resonanzfrequenz des Alkaliatoms abgestimmt werden. Allgemein senden Laser ihr Licht innerhalb eines bestimmten Frequenzspektrums aus. Es handelt sich dabei also nicht um eine einzelne Frequenz,
35 sondern um eine Verteilung von Frequenzen. Das zur Verfügung stehende Spektrum eines Lasers wird durch die sogenannte Linienbreite charakterisiert. Am effektivsten

werden Alkaliatome polarisiert, wenn die Linienbreite des Lasers übereinstimmt mit der Linienbreite des optischen Übergangs des Alkaliatoms. Die optische Linienbreite eines Alkaliatoms ist nun proportional zum Druck des beigemischten ⁴Helium Lasers (Druckverbreiterung). Je höher nämlich der Druck ist, umso höher ist die Anzahl der Stöße zwischen einem Alkaliatom und einem Stoßpartner wie Helium.

Bei dem gemäß Stand der Technik eingesetzten 100 Watt starken Laser handelt es sich um einen glasfasergekoppelten Diodenlaser mit einer typischen Spektralbreite von 2 Nanometern. Bei einem Gasdruck von 10 bar ist die Linienbreite des optischen Überganges von Rubidiumatomen auf ca. 0,3 Nanometer verbreitert. Daher wird in den vorhandenen Rubidium - Xenon - Polarisatoren, in denen zum optischen Pumpen teure Diodenlaser mit typischerweise 2 Nanometer Linienbreite eingesetzt werden, nur ein Bruchteil des Laserlichts genutzt. Verwendet man bei 10 bar Gasdruck die erheblich billigeren Diodenlaser mit 4 - 5 nm Linienbreite, ist die Effizienz noch wesentlich geringer.

Die Partialdrucke von Helium betragen in einem Gasgemisch gemäß Stand der Technik zur Zeit bis zu 10 bar. Im Vergleich zu den übrigen Partialdrucken ist dieser sehr hoch. Außer der Druckverbreiterung des optischen Übergangs des Alkaliatoms bewirkt der hohe Partialdruck, daß polarisierte Atome nur selten an die Probenwand der Glaszelle gelangen und dort z.B. durch Wechselwirkung mit paramagnetischen Zentren ihre Polarisation verlieren. Mit zunehmenden Partialdruck des Heliums nimmt die Wahrscheinlichkeit ab, daß polarisierte Atome nachteilhaft an die Zellenwand stoßen.

Um die volle Leistung des Lasers zu nutzen und gleichzeitig nachteilhafte Relaxationseffekte durch Stöße mit der Wand zu reduzieren, müßte bei Helium - Drucken weit oberhalb von 30 bar gearbeitet werden.

Bei der Zusammenstellung des Gasgemisches ist ferner folgendes zu beachten.

- 5 Ein Alkaliatom, wie z.B. Rubidium, vermag nach Absorption eines vom Laser stammenden Photons ein Photon aufgrund von Fluoreszenz (Fluoreszenzphoton) zu emittieren. Wird ein solches Fluoreszenzphoton von einem benachbarten polarisierten Alkaliatom eingefangen, so führt dieser
- 10 Einfang zur Depolarisation des Alkaliatoms. Der bei der Polarisation von Edelgasen eingesetzte Stickstoff im Gasgemisch dient der Unterdrückung ("Quenchen") dieser Fluoreszenzstrahlung, um damit die vorgenannte unerwünschte Depolarisation herabzusetzen. Der Stickstoff-Partialdruck
- 15 beträgt typischerweise beim Stand der Technik um die 0,1 bar.

- Die schweren Edelgas - Atome, also z.B. Xenon - Atome verursachen bei Stößen mit den Alkaliatomen eine starke
- 20 Relaxation der Polarisation der Alkaliatome. Um die Polarisation der Alkaliatome beim optischen Pumpen so groß wie möglich zu halten, muß der Partialdruck der Edelgase im Gasgemisch entsprechend klein sein. Selbst bei einem Xenon - Partialdruck im Gasgemisch von nur 0,1 bar braucht man
- Laserleistungen um die 100 Watt, um im ganzen Probenvolumen Polarisationen der Alkaliatome von 70 Prozent zu erreichen.

- Beim Stand der Technik werden Glaszellen eingesetzt, die aus einem Stück Glas geblasen sind. Es war bisher nicht
- 30 möglich, auf andere Weise eine Glaszelle zu schaffen, die die gewünschten hohen Drucke auszuhalten vermochte und gleichzeitig eine hohe optische Qualität gewährleistet. Die vorgenannte Herstellung der Glaszelle hat zur Folge, daß die Fenster, durch die das Licht des Lasers ein- und
- 35 austritt, stets gekrümmt bzw. abgerundet sind. Es treten beim Eintritt oder Austritt des Lichts des Lasers unerwünschte, nachteilhafte Linseneffekte auf. Das Licht

des Lasers wird fokussiert oder aufgeweitet. Hierdurch verschlechtert sich die Effizienz, Alkaliatome im Gasgemisch der Glaszelle zu polarisieren, erheblich.

- 5 Eine Glaszelle für die Polarisation von Edelgasen soll folgende Anforderungen erfüllen.

Sie muß einen hohen Druck von wenigstens 10 bar aushalten, unmagnetisch bzw. resistent gegenüber Alkalimetallen bei
10 Temperaturen von bis zu 200 Grad Celsius sein.

Die Glaszelle soll mit Ventilen verschlossen werden können. Die Ventilköpfe bzw. Dichtungsringe müssen 200 Grad Celsius in Anwesenheit von dem Gasgemisch überstehen, außerdem
15 unmagnetisch und druckfest sein. Der Einfluß der Ventile auf die Polarisation des Edelgases sollte so gering wie möglich sein.

Die Oberfläche im Inneren der Zelle soll keinen
20 zerstörenden Einfluß auf die Xenon - bzw. auf die Rubidium - Polarisation haben. Es sollten sich daher keine paramagnetischen oder gar ferromagnetischen Zentren an der Innenwand der Zelle befinden. Auch sollte das Material, aus dem die Zelle besteht, absolut unmagnetisch sein.

Das Licht des Lasers soll sich möglichst ohne Linseneffekte, d. h. parallel durch die Zelle ausbreiten können.

30 Das Eintrittsfenster der Zelle soll so wenig wie möglich das Licht des Lasers absorbieren. Anderenfalls wird insbesondere das Eintrittsfenster zu stark erhitzt und schließlich zerstört.

35 Das Eintrittsfenster soll weder bei Normaldruck noch bei hohem Druck doppelbrechend sein. Anderenfalls würde die Zirkularpolarisation des Lasers zerstört oder zumindest

gemindert.

Aufgabe der Erfindung ist die Schaffung einer Probenzelle,
5 die solche Anforderungen im Vergleich zum Stand der Technik
in verbesserter Weise zu erfüllen vermag.

Die Aufgabe der Erfindung wird durch eine Glaszelle gelöst,
die die Merkmale des ersten Anspruchs aufweist. Ein
10 Verfahren zur Herstellung der Glaszelle weist die Merkmale
des Nebenanspruchs auf. Vorteilhafte Ausgestaltungen
ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Die anspruchsgemäße Glaszelle weist einen Glaskörper mit
15 einer Öffnung auf. In die Öffnung ist ein planes Fenster
aus Glas hineingeschoben. Die Form und Größe des Fensters
entspricht der Form und Größe der Öffnung. Die Öffnung
weist einen Rand auf, der breiter ist als die Dicke des
20 Fensters. Hierdurch soll bewirkt werden, daß zwischen dem
Fenster und dem Rand der Öffnung ein großflächiger Kontakt
möglich ist. Der Rand des Fensters ist mit dem Rand der
Öffnung verschmolzen.

Es kann so eine Glaszelle zur Verfügung gestellt werden,
5 die ein Eintrittsfenster aufweist, welches flach ist.
Hierdurch wird ein paralleler Strahlengang durch das
Fenster sichergestellt.

Der Glaskörper umfaßt ferner einen Einlaß und einen Auslaß
30 für Gas.

Der Glaskörper weist insbesondere die Form eines Zylinders
auf. Das plane Fenster ist dann durch eine Scheibe
gebildet. Der Durchmesser der Scheibe entspricht dem
35 Innendurchmesser des Glaskörpers. Die Scheibe wird ein
Stück in den Zylinder hineingeschoben. Die Innenwand des
Zylinders stellt dann eine große Kontaktfläche bereit, die

mit dem Rand der Scheibe verschmolzen werden kann. Diese Innenfläche bildet dann den Rand der Öffnung, der breiter ist als die Dicke des Fensters.

- 5 Vorteilhaft werden beide Öffnungen des Zylinders mit je einem planen Fenster verschlossen.

Der Zylinder weist ferner einen Ein- und einen Auslaß für das Gas auf.

10

Um das Fenster fest mit der Glaszelle zu verbinden, wird der Rand mehrfach insbesondere auf 1400 bis 1500 °C so erhitzt, daß der betroffene Bereich mehrfach aufgeschmolzen wird. Handelt es sich bei dem Glaskörper um einen Zylinder, so wird dieser von außen erhitzt, um ein eingeschobenes Fenster mit dem Zylinder zu verschmelzen.

15

Durch das wiederholte Aufschmelzen entsteht an der Innen- und Außenkante des Fensters ein Radius von 1 - 2 mm.

20

Hierdurch wird erreicht, daß die Glaszelle druckfest ist und gleichzeitig wenigstens ein planes Eintrittsfenster aufweist.

Vorteilhaft wird ein Fenster vor dem Einbauen bzw. vor dem Verschmelzen mit dem Rand der Öffnung des Glaskörpers geschliffen und anschließend mit einer Säure, insbesondere mit 15 prozentiger Flußsäure gereinigt. Insbesondere wird der Rand rund geschliffen. Durch diese Schritte wird eine ganz besonders haltbare Verbindung mit dem Rand der Öffnung des Glaskörpers gewährleistet.

30

Als Material für den Glaskörper wird Borosilikatglas und für das oder die Fenster Borofloatglas (Borosilikatglas 3.3 ISO-Norm) vorgesehen. Beide Materialien haben denselben thermischen Ausdehnungskoeffizienten und lassen sich deshalb besonders gut verschmelzen. Außerdem besitzen beide Borosilikatglase wenig paramagnetische Zentren und werden

35

praktisch nicht, wie z.B. Quarzglas, unter Druckbelastung doppelbrechend.

Typischerweise weist der Glaskörper, also z.B. der Zylinder einen Innendurchmesser von 24 Millimetern auf. Die Wandstärke liegt bei oder oberhalb von 5 Millimetern. Ein Radius, der das Fenster mit dem Glaskörper verbindet, steht typischerweise 1 bis 2 Millimeter vor.

Eine solche Glaszelle hält einem Druck von 15 bar stand.

Am Eingang bzw. am Ausgang der Probenzelle sind vorteilhaft Ventile vorgesehen, die überwiegend aus Glas gefertigt sind. Soweit Dichtringe bei den Glasventilen eingesetzt

wurden, bestanden diese aus Ethylenpropylen. Ethylenpropylen ist alkaliresistent und weist keine paramagnetischen Zentren auf. Ferner nimmt das Material praktisch kein Edelgas auf.

Nach einer Messung einer Xenonpolarisation mit Hilfe von NMR unmittelbar vor und nach einem solchen Ventil zeigte sich kein nennenswerter Polarisationsverlust.

Anhand der nachfolgenden Figuren wird die Erfindung näher erläutert.

Figur 1 zeigt den grundsätzlichen Aufbau der Probenzelle. Die Probenzelle setzt sich aus einem aus Glas bestehenden Zylinder 1 und zwei planen Fenstern 2 und 3 zusammen. Die planen Fenster 2 und 3 sind ein Stück in die jeweiligen Enden des Zylinders hineingeschoben. Die Fenster 2 und 3 sind mit dem Zylinder 1 fest verbunden. Über Rohre 4 und 5 wird das Gasgemisch zunächst in die Probenzelle hineingeleitet und nach der Polarisierung wieder herausgeleitet. Die Rohre 4 und 5 können durch Ventile 6 und 7 verschlossen werden. Einlaßrohr 4 weist einen Abschnitt mit vergrößertem Durchmesser zwischen dem Ventil

6 und der Probenzelle 1, 2, 3 auf. Dieser Abschnitt dient zur Aufnahme von Alkalimetall, welches hier verdampft und dann in die Probenzelle transportiert werden kann.

5 Figur 2 zeigt die Probenzelle im Querschnitt. In den Zylinders 1 sind Eintrittsfenster 2 und Austrittsfenster 3 ein Stück hineingeschoben. Durch mehrfaches Aufschmelzen sind die Fenster 2 und 3 mit dem Zylinder 1 verbunden worden. Durch das mehrfache Aufschmelzen haben sich Radian 10 8 gebildet. Die Radian 8 bilden eine Schmelzverbindung zwischen den planen Fenstern 2 und 3 und dem Zylinder 1. Die Radian 8 befinden sich zu beiden Seiten eines jeweiligen Fensters 2 und 3 und grenzen an den Zylinder 1. Der Zylinder 1 besteht aus Borosilikatglas. Die Fenster 15 bestehen aus Borofloatglas. Die Wandstärke des Zylinders beträgt 5 mm. Die Fenster weisen ebenfalls eine Wandstärke von fünf Millimetern auf. Der Außendurchmesser des Zylinders beträgt ca. 35 bis 40 mm.

20 Borofloatglas und Borosilikatglas weisen den gleichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten auf. Daher verschmelzen die Fenster mit dem Zylinder besonders gut. Es liegt anschließend eine sehr druckfeste Zelle vor, die selbst Drucke von 15 bar verkraftet.

Figur 3 zeigt einen Querschnitt durch ein Ventil 6 oder 7. Das Ende einer aus Glas bestehenden Leitung 4 (Rohr) mündet in einen Trichter 9 ein. An den Trichter schließt sich ein Gewinde 10 an. Auf das Gewinde 10 ist eine aus Kunststoff bestehende Kappe 11 aufgeschraubt. Die Kappe 11 verfügt 30 über ein entsprechendes Innengewinde. Ein aus Glas bestehender Bolzen 12 ist an der Kappe 11 zentral innen befestigt. Der Bolzen 12 reicht in den Trichter 9 hinein. Der Bolzen 12 weist zwei Rillen auf, in denen sich O - 35 Ringe 13 befinden. Die O - Ringe 13 bestehen aus Ethylenpropylen. Nicht dargestellt ist ein abzweigendes Rohr, welches sich am oberen Rand mit dem großen

Durchmesser des Trichters 9 befindet. Es kann ferner ein nicht eingezeichnetem Zwischenrohrstück zwischen Trichter 9 und Gewinde 10 vorgesehen sein, von dem aus ein Rohr abzweigt.

5

Wird die Kappe 11 hineingeschraubt, so schließt der vordere O - Ring dicht mit dem Trichter 9 ab. Das Ventil ist dann geschlossen.

10

Der Bolzen 12 kann einen größeren Außendurchmesser als der Innendurchmesser des Rohres 4 aufweisen und an dem Ende, welches dem Trichter zugewandt ist, einen sich verjüngenden, in den Trichter einmündenden Abschnitt aufweisen. Dieser Abschnitt dient als Gegenstück zum

15

Trichter. Ein O-Ring ist so beim verjüngenden Abschnitt angebracht, daß dieser mit dem Trichter 9 dicht abschließt, wenn der Bolzen 12 entsprechend weit in Richtung Trichter durch Schrauben der Kappe 11 bewegt worden ist.

20

Insbesondere bei dieser Ausführungsform sind die genannten hohe Drücke möglich.

G 60 644

Forschungszentrum Jülich GmbH

Zusammenfassung

5

Die Erfindung betrifft eine Probenzelle mit einem Glaskörper, der einen Einlaß und einen Auslaß für Gas sowie wenigstens eine Öffnung aufweist, in die Öffnung ist ein planes Fenster aus Glas hineingeschmolzen, die Form und Größe des Fensters entspricht der Form und Größe der Öffnung, die Öffnung wird durch einen Rand begrenzt, der Rand ist breiter als das Fenster dick ist und der Rand des Fensters ist mit dem Rand der Öffnung verschmolzen.

10

Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung der Probenzelle. Dabei wird das Fenster in die Eröffnung hineingeschoben. Der Rand der Eröffnung wird von außen mehrfach so erhitzt, daß das Glas schmilzt, so daß eine Schmelzverbindung zwischen dem Fenster und dem Rand der Öffnung gebildet wird.

15

Die verfahrensgemäß hergestellte Probenzelle weist eine besonders feste Verbindung zwischen dem Fenster und dem Glaskörper auf. Daher vermag diese Glaszelle Drucke oberhalb von 10 bar auszuhalten und gewährleistet wegen seiner planparallelen Fenster einen Lichtdurchgang ohne Linseneffekte.

20

Die Probenzelle wird bei einem Polarisator für Edelgas eingesetzt.



